

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2003-167278

(43)Date of publication of application : 13.06.2003

(51)Int.Cl.

G02F 1/17

(21)Application number : 2002-274881

(71)Applicant : BRIDGESTONE CORP

(22)Date of filing : 20.09.2002

(72)Inventor : MASUDA YOSHITOMO
TAKAGI MITSUHARU
MURATA KAZUYA
NIHEI NORIO
YAKUSHIJI MANABU
KITANO SO
KAWAGOE TAKAHIRO

(30)Priority

Priority number : 2001289421 Priority date : 21.09.2001 Priority country : JP

(54) IMAGE DISPLAY DEVICE

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide an image display device which is a dry process display device formed by sealing particles between two substrates and can display images having excellent stability and more particularly repetitive durability.

SOLUTION: The image display device is formed by sealing the particles between the opposing substrates, at least one of which is transparent and displays the images by generating an electric field between the substrates to move the particles. The gap between the substrates of the above image display device is filled with gas of $\leq 60\%$ in relative humidity at 25° C .

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2003-167278

(P2003-167278A)

(43)公開日 平成15年6月13日 (2003. 6. 13)

(51) Int.Cl.⁷

G 0 2 F 1/17

識別記号

F I

デマコード(参考)

G 0 2 F 1/17

審査請求 未請求 請求項の数4 O.L (全 7 頁)

(21)出願番号 特願2002-274881(P2002-274881)
(22)出願日 平成14年9月20日 (2002. 9. 20)
(31)優先権主張番号 特願2001-289421(P2001-289421)
(32)優先日 平成13年9月21日 (2001. 9. 21)
(33)優先権主張国 日本 (J P)

(71)出願人 000005278
株式会社ブリヂストン
東京都中央区京橋1丁目10番1号
(72)発明者 増田 善友
東京都羽村市神明台3-5-28
(72)発明者 高木 光治
神奈川県川崎市中原区宮内3-21-33-304
(72)発明者 村田 和也
東京都小平市小川東町3-5-5
(74)代理人 100072051
弁理士 杉村 興作 (外1名)

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 画像表示装置

(57)【要約】

【課題】 粒子を2枚の基板間に封入した乾式表示装置において、安定性、特に繰返し耐久性に優れた画像を表示できる画像表示装置を提供する。

【解決手段】 少なくとも一方が透明な対向する基板間に粒子を封入し、この基板間に電界を発生させて前記粒子を移動させ画像を表示する画像表示装置において、基板間の空隙が25°Cにおける相対湿度が60%RH以下の気体で満たされている画像表示装置。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 少なくとも一方が透明な対向する基板間に粒子を封入し、この基板間に電界を発生させて前記粒子を移動させ画像を表示する画像表示装置において、前記基板間の空隙が25°Cにおける相対湿度が60%RH以下の気体で満たされていることを特徴とする画像表示装置。

【請求項2】 対向する基板間の空間における粒子の体積占有率が10~80%である請求項1に記載の画像表示装置。

【請求項3】 各粒子の下記式で表される溶剤不溶率が50%以上である請求項1又は請求項2に記載の画像表示装置。

$$\text{溶剤不溶率 (\%)} = (B/A) \times 100$$

(但し、Aは粒子の溶剤浸漬前重量、Bは良溶媒中に粒子を25°Cで24時間浸漬した後の樹脂成分の重量を示す)

【請求項4】 各粒子の含水量が5重量%以下である請求項1~3いずれかに記載の画像表示装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、静電気を利用した粒子の移動によって画像を繰り返し表示、消去できる画像表示装置に関する。

【0002】

【従来の技術】液晶(LCD)に代わる画像表示装置として、電気泳動方式、エレクトロクロミック方式、サマル方式、2色粒子回転方式などの技術を用いた画像表示装置(ディスプレイ)が提案されている。これらの画像表示装置は、LCDに比べて、通常の印刷物に近い広い視野角が得られる、消費電力が小さい、メモリー機能を有している等のメリットから、次世代の安価な表示装置として考えられ、携帯端末用表示、電子ペーパー等への展開が期待されている。

【0003】最近、分散粒子と着色溶液からなる分散液をマイクロカプセル化し、これを対向する基板間に配置する電気泳動方式が提案されている。(例えば、非特許文献1参照)。しかしながら、電気泳動方式では、低比重の溶液中に酸化チタンなどの高比重の粒子を分散させているために、沈降しやすく、分散状態の安定性維持が難しく、また、色をつけるために溶液に染料等を添加しているために長期保存性に難があり、画像繰り返し安定性に欠けるという問題を抱えている。マイクロカプセル化にしても、セルサイズをマイクロカプセルレベルにし、見かけ上、このような欠点が現れ難くしているだけで、本質的な問題は何ら解決されていない。

【0004】以上のような溶液中の挙動を利用した電気泳動方式に対し、溶液を使わず、導電性粒子と電荷輸送層を基板の一部に組み入れた方式も提案されている。しかし、このような乾式表示装置では、基板の一部に電

荷輸送層、更には電荷発生層を配置するために構造が複雑になると共に、導電性粒子から電荷を一定に逃がすことが難しく、安定性に欠ける。

【0005】

【非特許文献1】趙 国来、外3名、“新しいトナーディスプレイデバイス(I)”、1999年7月21日、日本画像学会年次大会(通算83回)“Japan Hardcopy'99”、p.249-252

【0006】

10 【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、以上の如き状況から、乾式表示装置において、安定性、特に繰り返し耐久性に優れた画像を表示できる画像表示装置を提供することにある。

【0007】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、上記目的を達成するために鋭意検討を重ねた結果、基板間の空隙部の気体の温度を管理することにより、安定性、特に繰り返し耐久性に優れる画像表示装置が得られることを見出し、本発明に至った。

20 【0008】すなわち本発明は、以下の画像表示装置を提供するものである。

1. 少なくとも一方が透明な対向する基板間に粒子を封入し、この基板間に電界を発生させて前記粒子を移動させ画像を表示する画像表示装置において、基板間の空隙が25°Cにおける相対湿度が60%RH以下の気体で満たされていることを特徴とする画像表示装置。

2. 対向する基板間の空間における粒子の体積占有率が10~80%である上記1の画像表示装置。

3. 各粒子の下記式で表される溶剤不溶率が50%以上である上記1又は2の画像表示装置。

$$\text{溶剤不溶率 (\%)} = (B/A) \times 100$$

(但し、Aは粒子の溶剤浸漬前重量、Bは良溶媒中に粒子を25°Cで24時間浸漬した後の重量を示す)

4. 各粒子の含水量が5重量%以下である上記1~3いずれかの画像表示装置。

【0009】

【発明の実施の形態】本発明の画像表示装置では、対向する基板間に粒子を封入した表示装置に何らかの手段で基板表面に電荷が付与される。正に帯電した基板部位に向かっては負に帯電した粒子がクーロン力により引き寄せられ、また、負に帯電した基板部位に向かっては正に帯電した粒子がクーロン力により引き寄せられ、それら粒子が対向する基板間を往復移動することにより、画像表示がなされる。従って、粒子が、均一に移動し、かつ、繰り返し時あるいは保存時の安定性を維持できるように、表示装置を設計する必要がある。

【0010】しかしながら、これまでの表示装置では、材料主体の開発、例えば粒子材料、基板材料などの開発が重視されるか、あるいは、その材料開発でカバーできない特性を駆動電圧などの駆動方法で補おうとするのが

現状であった。例えば、駆動電圧を低電圧化するためには、高帯電性の粒子を用いると、粒子移動が速やかに起き、駆動電圧の低電圧化は可能となるものの、高帯電性であるが故に、繰り返し使用時に粒子同士が凝集しあうという問題をかかえる。また、繰り返し耐久性を向上するために、低帯電性粒子を用いると、粒子同士の凝集は起こりにくく安定性は向上するものの、粒子の帯電性が不足し、均一な粒子移動が起きにくくなると共に、たとえ粒子が基板面まで移動したとしても、粒子～基板面の付着性、いわゆるメモリー性が十分でないために、鮮明な画像が得られ難くなるという問題をかかえる。

【0011】本発明は、安定性の改善のヒントが、材料開発、駆動方法の他に、表示装置の空隙を占めている気体の湿度、更には粒子の含水量にあることを見出したものである。先に述べたように、粒子が往復運動するわけであるから、その往復運動に支障をきたさないように、粒子が移動する際の粒子を取り囲む媒体となる気体をきちんと管理すれば、繰り返し耐久性を向上させることができる。

【0012】図1は本発明の画像表示装置の構造を示す説明図である。図1において対向する基板1、基板2が所定の間隔で設置されており、2種以上の色および帯電特性の異なる粒子3が封入されている。この空隙部分の気体の湿度管理が重要であり、25°Cにおける相対湿度を60%RH以下、好ましくは50%RH以下、更に好ましくは35%RH以下とする。空隙部分とは、対向する基板1、基板2に挟まれる部分から、粒子3の占有部分、装置シール部分、また必要に応じて設ける後述する隔壁やスペーサー部分を除いた、いわゆる粒子が接する気体部分を指すものとする。気体は、先に述べた湿度領域であれば、その種類は問わないが、乾燥空気、窒素、アルゴン、ヘリウムなどが好適である。気体は、その湿度が保持されるように装置に封入することが必要であり、例えば、後述する粒子、基板などを所定湿度環境下にて組み立て、更に、外からの湿度侵入を防ぐシール材、シール方法を施し、気体及び粒子を封入した表示装置を作製する。

【0013】基板に関しては、基板1、基板2の少なくとも一方は装置外側から粒子の色が確認できる透明基板であり、可視光の透過率が高くかつ耐熱性の良い材料が好適である。画像表示装置としての可撓性の有無は用途により適宜選択され、例えば、電子ペーパー等の用途には可撓性のある材料、携帯電話、PDA、ノートパソコン類の携帯機器表示等の用途には可撓性のない材料が用いられる。

【0014】基板材料を例示すると、ポリエチレンテレフタレート、ポリエーテルサルファン、ポリエチレン、ポリカーボネイトなどのポリマーシートや、ガラス、石英などの無機シートが挙げられる。基板厚みは、2～5000μm、好ましくは5～1000μmが好適である。

り、薄すぎると、強度、基板間の間隔均一性を保ちにくくなり、厚すぎると、表示機能としての鮮明さ、コントラストの低下が発生し、特に、電子ペーパー用途の場合には可撓性に欠ける。

【0015】本発明の画像表示装置では、基板に電極を設けない場合と、基板に電極を設ける場合がある。基板に電極を設けない場合は、基板外部表面に静電潜像を与え、その静電潜像に応じて発生する電界にて、所定の特性に帯電した色のついた粒子を基板に引き寄せあるいは反発させることにより、静電潜像に対応して配列した粒子を透明な基板を通して表示装置外側から視認する。なお、この静電潜像の形成は、電子写真感光体を用い通常の電子写真システムで行われる静電潜像を本発明の画像表示装置の基板上に転写形成する方法や、イオンフローにより静電潜像を基板上に直接形成する等の方法がある。

【0016】基板に電極を設ける場合は、電極部位への外部電圧入力により、基板上の各電極位置に生じた電界により、所定の特性に帯電した色の粒子が引き寄せあるいは反発させることにより、静電潜像に対応して配列した粒子を透明な基板を通して表示装置外側から視認する。この際の電極は、透明かつパターン形成可能である導電性材料で形成され、例示すると、酸化インジウム、アルミニウムなどの金属類、ポリアニリン、ポリピロール、ポリチオフェンなどの導電性高分子類が挙げられ、真空蒸着、塗布などの形成手法が例示できる。なお、電極厚みは、導電性が確保でき光透過性に支障なければ良く、3～1000nm、好ましくは5～400nmが好適である。この場合の外部電圧入力は、直流あるいは交流を重畠しても良い。

【0017】本発明の画像表示装置では、粒子の基板平行方向の余分な粒子移動を阻止するため、基板上にエッチングなどにより規則正しい凹凸をつけても良く、図2に示すように、基板断面方向から見れば三角状、四角状、半円状などが、基板平面方向から見れば四角状、三角状、丸状、ライン状などが例示される。その面積サイズ、高さはいずれでも良いが、できるだけ表示側から見える凸部分に相当する部分（枠部の面積）は小さくした方が良く、枠部の面積を小さくすることにより画像表示の鮮明さが増すことになる。従って、凸部形成により、耐久繰り返し性や、メモリー保持性が向上する。また、本発明の画像表示装置では、図3に示すような隔壁4や、図4に示すようなスペーサー5を用いて基板間の空間を細分して、粒子の基板平行方向の余分な粒子移動を阻止し、耐久繰り返し性、メモリー保持性を向上させると共に、基板間の間隔を均一にし、かつ補強し、表示装置自体の強度を上げることもできる。

【0018】粒子は、クーロン力により移動できるものであればいずれでも良い。また、粒子の作製は、必要な樹脂、帯電制御剤、着色剤、その他添加剤を混練り粉碎50

しても、あるいはモノマーから重合しても、あるいは既存の粒子を樹脂、帯電制御剤、着色剤、その他添加剤でコーティングしても良い。対向する基板間の空間における粒子の体積占有率は10～80%が好ましく、更に好ましくは10～60%である。この範囲より大きい場合には粒子の移動の支障をきたし、小さい場合にはコントラストが明確でなくなり易い。

【0019】以下に、樹脂、帯電制御剤、着色剤、その他添加剤を例示する。樹脂の例としては、ウレタン樹脂、アクリル樹脂、ポリエステル樹脂、ウレタン変性アクリル樹脂、シリコーン樹脂、ナイロン樹脂、エポキシ樹脂、スチレン樹脂、ブチラール樹脂、塩化ビニリデン樹脂、メラミン樹脂、フェノール樹脂、フッ素樹脂などが挙げられ、2種以上混合することもでき、特に、基板との付着力を制御する上から、アクリルウレタン樹脂、アクリルウレタンシリコーン樹脂、アクリルウレタンフッ素樹脂、ウレタン樹脂、フッ素樹脂が好適である。

【0020】帯電制御剤の例としては、正電荷付与の場合には、4級アンモニウム塩系化合物、ニグロシン染料、トリフェニルメタン系化合物、イミダゾール誘導体などが挙げられ、負電荷付与の場合には、含金属アゾ染料、サリチル酸金属錯体、ニトロイミダゾール誘導体などが挙げられる。着色剤の例としては、塩基性、酸性などの染料が挙げられ、ニグロシン、メチレンブルー、キノリンイエロー、ローズベンガルなどが例示される。無機系添加剤の例としては、酸化チタン、亜鉛華、硫化亜鉛、酸化アンチモン、炭酸カルシウム、鉛白、タルク、シリカ、ケイ酸カルシウム、アルミナホワイト、カドミウムイエロー、カドミウムレッド、カドミウムオレンジ、チタンイエロー、紺青、群青、コバルトブルー、コバルトグリーン、コバルトバイオレット、酸化鉄、カーボンブラック、マンガンフェライトブラック、コバルトフェライトブラック、銅粉、アルミニウム粉などが挙げられる。

【0021】繰返し耐久性を向上させるために、先に述べた空隙部分の気体の湿度を管理することが必要であるが、繰り返し耐久性を更に向上させるためには、粒子自身の安定性、特に、含水量と溶剤不溶率を管理することが効果的である。2種以上の色の異なる各粒子の含水量は、5重量%以下、特に3重量%以下とすることが好ましい。なお、含水量の測定には、通常のカールフィッシャー法が用いられる。各粒子の溶剤不溶率に関しては、下記関係式で表される粒子の溶剤不溶率を50%以上、特に70%以上とすることが好ましい。

$$\text{溶剤不溶率} (\%) = (B/A) \times 100$$

(但し、Aは粒子の樹脂成分の溶剤浸漬前重量、Bは良溶媒中に粒子を25°Cで24時間浸漬した後の樹脂成分の重量を示す)

この溶剤不溶率が50%未満では、長期保存時に粒子表面にブリードが発生し、粒子との付着力に影響を及ぼし

粒子の移動の妨げとなり、画像表示耐久性に支障をきたす場合がある。なお、溶剤不溶率を測定する際の用の溶剤（良溶媒）としては、フッ素樹脂ではメチルエチルケトン等、ポリアミド樹脂ではメタノール等、アクリルウレタン樹脂ではメチルエチルケトン、トルエン等、メラミン樹脂ではアセトン、イソプロパノール等、シリコーン樹脂ではトルエン等が好ましい。

【0022】各粒子は球形であることが好ましい。基板1と基板2の間隔は、粒子が移動でき、コントラストを維持できれば良いが、通常10～5000μm、好ましくは10～500μmに調整される。なお、本発明の画像表示装置は、ノートパソコン、PDA、携帯電話などのモバイル機器の表示部、電子ブック、電子新聞などの電子ペーパー、看板、ポスター、黒板などの掲示板、コピー機、プリンター用紙代替のリライタブルペーパー、電卓、家電製品の表示部、ポイントカードなどのカード表示部などに用いられる。

【0023】

【実施例】次に実施例および比較例を示して、本発明を更に具体的に説明する。但し本発明は以下の実施例により限定されるものではない。なお、実施例および比較例で得られた粒子及び表示装置について、下記の基準に従い、評価を行った。

【0024】(1) 粒子の含水量

カールフィッシャー装置を用いて測定した。

(2) 溶剤不溶率

粒子をメチルエチルケトン溶剤中に25°Cで24時間浸漬し、100°Cで5時間乾燥した後の重量を測定した。浸漬前後の重量変化より、次の式に従って溶剤不溶率を測定した。

$$\text{溶剤不溶率} (\%) = (B/A) \times 100$$

(但し、Aは粒子の溶剤浸漬前重量、Bはメチルエチルケトン溶剤中に粒子を25°Cで24時間浸漬した後の樹脂成分の重量を示す)

(3) 表示機能の評価

作製した表示装置に、250Vを印加し、極性を反転させることにより、黒色～白色の表示を繰り返した。表示機能の評価は、コントラスト比について、初期、10000回繰り返し後、更に5日放置後を反射画像濃度計を用いて測定した。ここで、コントラスト比とは、コントラスト比=黒色表示時反射濃度/白色表示時反射濃度とした。なお、初期のコントラスト比に対する10000回繰り返し後および5日放置後のコントラスト比を保持率とした。

【0025】実施例2

粒子Aは、アクリルウレタン樹脂EAU53B（亜細亜工業製）とイソフォロジンジイソシアネート（IPDI）系架橋剤エクセルハードナーHX（亜細亜工業製）にカーボンブラック（CB）4phr、荷電制御剤ポントロンN07（オリエント化学製）2phrを添加し、混練り後、ジェット

ミルにて粉碎分級して粒子を作製した。粒子Bは、アクリルウレタン樹脂EAU53B（亜細亜工業製）とIPDI系架橋剤エクセルハードナーHX（亜細亜工業製）に酸化チタン10phr、荷電制御剤ボントロンE89（オリエンタル化学製）2phrを添加し、混練り後、ジェットミルにて粉碎分級して粒子を作製した。約500Å厚みの酸化インジウム電極を設けた一対のガラス基板を、間隔400μmになるようにスペーサーで調整したガラス基板間に、前述粒子A、Bを入れ、ガラス基板周辺をエポキシ系接着剤にて接着すると共に、粒子を封入し、表示装置を作製した。粒子Aと粒子Bの混合率は同重量づつとし、それら粒子のガラス基板間への充填率は60容積%となるよう調整した。ここで、空隙を埋める気体は、相対湿度30%RHの空気とした。評価結果を第1表に示す。

【0026】実施例2

実施例1において、空隙を埋める気体を、相対湿度40%RHとした以外は、同様にして、表示装置を作製した。評価結果を第1表に示す。

【0027】実施例3

*実施例1において、粒子A及び粒子Bを構成する樹脂を、ナイロン樹脂のトレジンEF30（帝国化学産業製）へ変更した以外は、同様にして、表示装置を作製した。評価結果を第1表に示す。粒子含水量が大きいので1000回繰り返し後および5日放置後の保持率がやや劣化した。

【0028】実施例4

実施例1において、粒子A及び粒子Bを構成する樹脂を、アクリルウレタン樹脂EAU53Bのみへ変更した（架橋剤なし）以外は、同様にして、表示装置を作製した。評価結果を第1表に示す。架橋剤を用いないので保存時劣化が大きい。

【0029】比較例1

実施例1において、空隙を埋める気体を、相対湿度70%RHとした以外は、同様にして、表示装置を作製した。評価結果を第1表に示す。

【0030】

【表1】

第1表

	実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	比較例1
(粒子A)					
樹脂材料	EAU53B/HX	EAU53B/HX	レジン	EAU53B	EAU53B/HX
添加物	CB/ボントロンN07	CB/ボントロンN07	CB/ボントロンN07	CB/ボントロンN07	CB/ボントロンN07
含水量(%)	2.1	2.1	6	2.3	2.4
溶剤不溶率(%)	87	87	81	48	87
(粒子B)					
樹脂材料	EAU53B/HX	EAU53B/HX	EAU53B/HX	EAU204B	EAU188B/HX
添加物	TiO2/ボントロンE89	TiO2/ボントロンE89	TiO2/ボントロンE89	TiO2/ボントロンE89	TiO2/ボントロンE89
含水量(%)	2.1	2.1	6	2.3	2.4
溶剤不溶率(%)	87	87	81	48	87
空隙気体の					
相対湿度(%RH)	30	40	40	40	70
(表示機能評価)					
初期コントラスト比(1)	8.2	8.1	8.0	8.1	8.0
10000回繰り返し後					
コントラスト比(2)	7.7	7.21	6.72	6.44	4.48
保持率(2)/(1) %	94	89	84	82	56
5日放置後					
コントラスト比(3)	7.38	7.05	5.68	5.59	3.36
保持率(3)/(1) %	90	84	71	69	42

【0031】

【発明の効果】本発明により、粒子を2枚の基板間に封入した乾式表示装置において基板間の空隙の湿度を適切に管理することによって、安定性、特に繰り返し耐久性に優れた画像を表示できる画像表示装置が得ることができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明の画像表示装置の構造を示す説明図である。

【図2】 本発明の画像表示装置における基板の形状に※

※一例を示す図である。

【図3】 本発明の画像表示装置における基板の形状に一例を示す図である。

【図4】 本発明の画像表示装置における基板の形状に一例を示す図である。

40 【符号の説明】

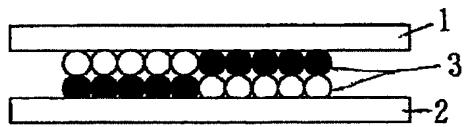
1、2：基板

3：粒子

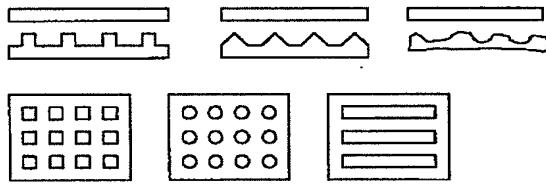
4：隔壁

5：スペーサー

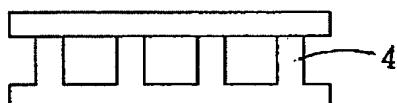
【図1】



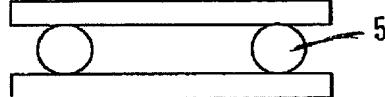
【図2】



【図3】



【図4】



【手続補正書】

【提出日】平成14年11月28日(2002.11.28)

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0027

【補正方法】変更

【補正内容】

【0027】実施例3

実施例1において、粒子A及び粒子Bを構成する樹脂を、ナイロン樹脂のトレジンEF30(帝国化学産業製)へ

変更した以外は、同様にして、表示装置を作製した。評

価結果を第1表に示す。粒子含水量が大きいので100回繰り返し後および5日放置後の保持率がやや劣化した。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0030

【補正方法】変更

【補正内容】

【0030】

【表1】

第1表

	実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	比較例1
(粒子A)					
樹脂材料	EAU53B/HX	EAU53B/HX	トレジン	EAU53B	EAU53B/HX
添加物	CB/ホントロンN07	CB/ホントロンN07	CB/ホントロンN07	CB/ホントロンN07	CB/ホントロンN07
含水量(%)	2.1	2.1	6	2.3	2.4
溶剤不溶率(%)	87	87	81	48	87
(粒子B)					
樹脂材料	EAU53B/HX	EAU53B/HX	トレジン	EAU204B	EAU198B/HX
添加物	TiO2/ホントロンE89	TiO2/ホントロンE89	TiO2/ホントロンE89	TiO2/ホントロンE89	TiO2/ホントロンE89
含水量(%)	2.1	2.1	6	2.3	2.4
溶剤不溶率(%)	87	87	81	48	87
空隙気体の					
相対密度(%R-I)	30	40	40	40	70
(表示機能評価)					
初期コントラスト比①	8.2	8.1	8.0	8.1	8.0
10000回繰り返し後					
コントラスト比②	7.7	7.21	6.72	6.44	4.48
保持率(②/①)%	94	89	84	82	56
5日放置後					
コントラスト比③	7.38	7.05	5.68	5.59	3.36
保持率(③/①)%	90	84	71	69	42